

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平10-503554

(43) 公表日 平成10年(1998) 3月31日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I
C 2 3 C 8/36		7141-4K	C 2 3 C 8/36
H 0 1 J 37/32		9508-2G	H 0 1 J 37/32
H 0 5 H 1/46		9216-2G	H 0 5 H 1/46

A

審査請求 有 予備審査請求 未請求(全 29 頁)

(21) 出願番号 特願平9-515182
 (86) (22) 出願日 平成8年(1996)10月10日
 (85) 翻訳文提出日 平成9年(1997)6月12日
 (86) 国際出願番号 P C T / U S 9 6 / 1 6 2 1 0
 (87) 国際公開番号 W O 9 7 / 1 4 1 7 2
 (87) 国際公開日 平成9年(1997)4月17日
 (31) 優先権主張番号 5 4 3, 8 6 0
 (32) 優先日 1995年10月12日
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (81) 指定国 EP (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), CA, IL, JP, KR, MX

(71) 出願人 エイチイー・ホールディングス・インコーポレーテッド・ドゥーイング・ビジネス・アズ・ヒューズ・エレクトロニクス
 アメリカ合衆国、カリフォルニア州
 90045-0066、ロサンゼルス、ヒューズ・テラス 7200
 (71) 出願人 ジェネラル・モーターズ・コーポレーション
 アメリカ合衆国、ミシガン州 48198-6198、イブシランティ、(番地なし)
 (74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦 (外4名)

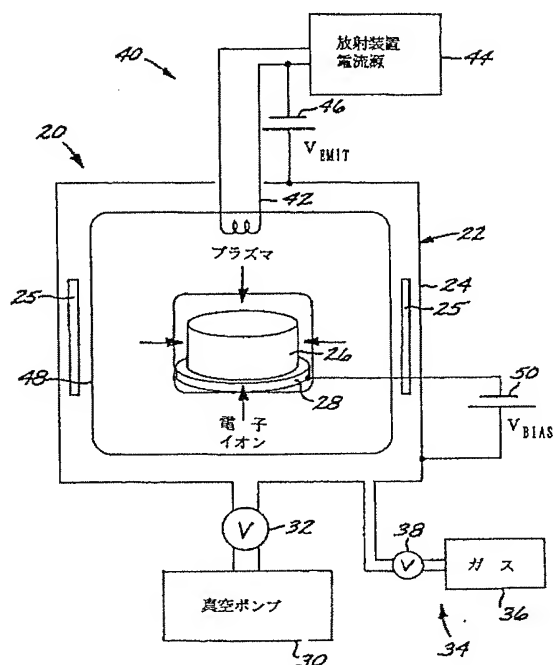
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プラズマ処理方法および装置

(57) 【要約】

ワークピース(26)を加熱するためのプラズマ加熱装置(20)はワークピース(26)を収容するのに十分な広さの容器(22)と、約0.01ミリトル乃至約100ミリトルの減少した容器(22)内のガス圧力のソースとを備えている。プラズマ加熱装置(20)はさらに包囲プラズマを生成するプラズマソース(40)を具備する。任意選択的にワークピース(26)電圧がワークピース(26)と容器(22)の壁(22)の間に供給され、反応性ガス源(34)が容器(22)にガスを充填するために設けられ、放射ヒータ(25)がワークピース(26)を部分的に加熱するために設けられてもよい。動作においてプラズマソース(40)はワークピース(26)を囲んで加熱するプラズマを生成する。プラズマおよびワークピース(26)の加熱は、制御可能な均一または不均一な熱処理および、またはワークピース(26)の表面処理のために調整される。装置(20)は真空中において、またはワークピース(26)の表面を化学的に変化させるために容器(22)内に導入される窒素、炭素または硼素のガス源のような反応性ガス中でワークピース(26)を熱処理するために使用されることができる。

FIG. 1



【特許請求の範囲】

1. ワークピースを収容するのに十分な広さで容器壁を有する容器と、
約0.01ミリトル乃至約100ミリトルの減少したガス圧力を容器内に生成する手段と、
ワークピース以外の電子放射装置を具備し、容器壁を陽極とする包囲プラズマを生成するプラズマソースとを具備しているワークピースを加熱するためのプラズマ加熱装置。
2. プラズマソースからのイオンのイオン衝撃エネルギーおよびプラズマ密度を独立に制御する手段を具備している請求項1記載の装置。
3. ワークピースの加熱を助けるように容器内に配置された放射ヒータをさらに具備し、その放射ヒータはプラズマソースと独立に動作可能である請求項1記載の装置。
4. 容器内に配置されたワークピースを具備している請求項1記載の装置。
5. ワークピースと容器壁との間に接続されているワークピースバイアス電圧源をさらに具備している請求項1記載の装置。
6. プラズマソースは、プラズマを発生する手段を備え、それはワークピースに関して異なった位置で制御可能な可変密度を有している請求項1記載の装置。
7. 減少したガス圧力を生成する手段は、容器内部と連通している非反応性ガスのガス源を具備している請求項1記載の装置。
8. 減少したガス圧力を生成する手段は、容器内部と連通している反応性ガスのガス源を具備している請求項1記載の装置。
9. 減少したガス圧力を生成する手段は、
真空容器の内部と連通している真空ポンプと、
容器の内部と制御可能に連通しているガス源と、
包囲プラズマを生成するプラズマソースとを具備し、このプラズマソースは、
容器内に配置された熱イオンフィラメントと、
この熱イオンフィラメントのための電流源と、
フィラメントと容器壁との間に接続されているフィラメントバイアス電圧源

とを具備している請求項 1 記載の装置。

10. フィラメントは少なくとも 2 個のフィラメントを具備している請求項 1 記載の装置。

11. ワークピースを収容するのに十分な広さで容器壁を有する容器と、この容器内に局部的に配置され、容器壁を陽極とする包囲プラズマを生成するプラズマソースとを具備している装置を準備し、

容器内にワークピースを配置し、

約 0.01 乃至約 100 ミリトルのガス圧力を容器内に生成し、

ワークピースを加熱するためにプラズマソースを動作するワークピースの処理方法。

12. プラズマソースを動作するステップはプラズマ中の電荷交換を制御するためにガス圧力を変化させる付加的なステップを含んでいる請求項 11 記載の処理方法。

【発明の詳細な説明】**プラズマ処理方法および装置****[発明の背景]**

本発明は、ワークピースの熱処理に関し、特に活性または非活性熱処理のためのワークピースのプラズマ処理に関する。

金属およびセラミックのような多数の材料が製造動作中に熱処理される。熱処理は典型的にワークピースを高い温度に加熱し、その温度にある期間保持することによって行われる。熱処理は単一温度での加熱、或いは一連の加熱および冷却工程を含むもっと複雑な処理を含んでいてもよい。熱処理はまた 1 個の大きいワークピースまたは多数の小さいワークピースの処理を含んでいてもよい。

ワークピースの熱処理は任意の種々の理由によって行われる。多くの金属合金の微細な構造およびそれ故特性が熱処理により変化されることができる。粉末から処理されたセラミック部材はその密度を増加させるために焼結されてその強度を改善されることができる。これらの形式の処理は真空中、或いは不活性雰囲気中で行われることができる。熱処理はまた窒素または炭素のソースのような反応性ガス中の処理を含んでいてもよい。そのような処理はその表面特性を変化させるが、その内部の特性を変化させないようにワークピースの表面に反応性ガスから元素を導入する。これらの処理の多くの組合わせ、およびその他の処理が可能である。

熱処理を行うために使用される装置はワークピースを加熱し、そこにおいて重要な状態では熱処理が行われる時のワークピースの周囲の雰囲気を制御しなければならない。1つの良好に確立された方法では、ワークピースは容器内に配置され、その容器内の雰囲気が制御され、容器を囲んで抵抗または誘導加熱素子が設けられる。このような処理装置は長年使用されている。

最近ではワークピースのプラズマ処理が開発されて熱処理を他の方法よりも迅速かつ効率的に行うようになっている。同じ数の電子とイオンで構成されたプラズマが生成され、ワークピースと接触される。各ワークピースはプラズマ中に存

在する電子、イオン、或いは電子とイオンの両者から伝達されたエネルギーにより

加熱される。熱処理は不活性ガスプラズマまたは反応性ガスプラズマ中で行われ、各ワークピースの表面にイオンスピーの付着を生じてその表面特性を変化させる。冷却は強制的または強制的でない急冷により行われる。

プラズマ処理に利用できる種々の方法が動作可能であるが、それぞれ欠点および不利な点を有している。あるものは正確度の制御性に欠け、或いは比較的非効率である。また、他のものでは所望に応じて均一に、或いは制御された非均一性でワークピースを処理することができないのでワークピースの不均一な処理を生じる。さらに別のものでは、プラズマの生成と熱処理を独立して制御することができない。また高密度のプラズマを得ることが困難である。また他のものは迅速な熱処理を可能にするためにガス圧力が高すぎる

ワークピースの非反応性または反応性熱処理に使用されることができ、前述の欠点或いは制限を克服することができるプラズマ処理方法および装置が必要とされている。

本発明は、これらの要求を満足させ、さらに関連する利点を提供するものである。

[発明の概要]

本発明は、1以上のワークピースをプラズマ処理するための方法および装置を提供する。この方法は、例えば自動車の成形ダイのような単一の大型の部品、或いは自動車のギアのような多数の小型の部品の製造に関連して使用される。迅速で効率的な熱処理が行われるようにワークピースを囲む等しい数の電子およびイオンを含む制御された可変密度のプラズマが存在する。熱処理はワークピースの表面処理を行うために非反応性ガスまたは反応性ガスの分圧中で行われる。装置は通常の急冷技術を使用して行われてもよく、また全く急冷技術を使用しないでもよい。本発明の装置はそれ自体で使用されることもでき、また通常の熱処理にその性能を強化するために組み込まれ、或いはレトロフィットされてもよい。

本発明によれば、ワークピースを熱処理するプラズマ熱処理装置はワークピースを内部に収容する十分な大きさの容器を備えている。その容器はヒータパネル、加熱棒その他のワークピースの加熱に役立つ手段が設けられてもよい。装置は

らに容器内に約0.01乃至100ミリトルの低いガス圧力を生成し、制御する手段と、容器を満たす可変密度のプラズマを選択的に発生する手段とを備えている。プラズマの電位は容器壁の電位に近い。プラズマイオンの割合（イオン対中性密度の原子の比）は0.01乃至10ミリトルの圧力範囲における約0.1から10乃至100ミリトルの圧力範囲における0.01以下まで変化する。プラズマ発生手段は容器の内部または容器から離れた位置であるが容器と連通しているガス中のプラズマソースを含んでいる。低いガス圧力を生成する手段は真空ポンプまたは真空ポンプと窒素、炭素等のソースの反応性ガス或るいはアルゴン、ネオン等の不活性ガスの制御された再充填手段との組合わせを含んでいる。

特に、好ましいプラズマ加熱装置はワークピースを収容する十分な大きさの容器と、容器内に約0.01乃至100ミリトルの低いガス圧力を生成する手段とを備えている。この低いガス圧力を生成する手段は、容器の内部と連通している真空ポンプおよび容器の内部と連通している反応性ガス源或るいは不活性ガス源を含んでいる。反応性ガス源は使用時に窒素または炭素ソースを備えている。不活性ガス源は使用時にアルゴンやネオンのガス源を備えている。装置はさらに可変密度の包囲プラズマを選択的に生成するプラズマソースを備えている。プラズマソースは容器の内部に局部的に配置されてもよく、または容器の外部の離れた位置にあってもよい。プラズマソースは容器内または離れているが容器内部と連通して配置された1以上の熱イオンフィラメントから構成され、熱イオンフィラメント用の電流源とフィラメントと容器壁との間に接続されたフィラメントバイアス電圧源とを備えている。プラズマソースに対して容器壁は陽極として構成され、フィラメントは陰極として構成されることが好ましい。容器壁とは異なった陽極の使用はワークピース上に壁材料のスパッタリングを生じる欠点がある。フィラメントの形状および方向はワークピースを囲むプラズマを制御するように選択される。その代りにプラズマソースは同じフィラメントであるが活性化された熱イオンフィラメントの代りに無線周波数で付勢されてもよい。後者の場合にはフィラメントはプラズマを選択的に生成するアンテナとして機能する。

種々の変形において装置はさらにプラズマソース陽極として作用する容器壁とワークピース直接またはワークピースを支持する支持体との間に接続されたワー

クピースバイアス電圧源を含んでいてもよい。ワークピースバイアス電圧は陽極として作用する容器壁に対してワークピースを陰極として負にバイアスする。このバイアス電位はワークピース表面のイオンまたは電子衝撃の量を制御するように作用する。十分に低いバイアス電圧は電子およびイオンの両方による衝撃を可能にする。十分に高いバイアス電圧は正のイオンだけをワークピースに向けて加速させる。反応性ガスを使用する場合には正のイオンが衝撃し、加熱し、ワークピース表面と反応する。非反応性ガスを使用する場合には正のイオンおよび、または電子が衝撃してワークピース表面を加熱する。

本発明の装置は容器の内部に位置するまたはそれから離れている包囲プラズマソースを含んでいる。包囲プラズマという用語はワークピース支持体と接触しているマスクされた区域のような意図的にプラズマから遮蔽された区域を除いて制御された密度のプラズマによりワークピースを囲んでいるプラズマを意味する。ワークピースが完全に浸された包囲プラズマはワークピースの選択的な処理を可能にする可変密度を有することができる。従来のプラズマ処理技術にはそのような能力は存在しない。

プラズマが生成されたとき、ガス圧力はワークピースおよび陰極フィラメント中に加速されるイオン間の電荷交換の量を制御するために制御される。これはイオン衝撃エネルギーに影響を与える。フィラメント陰極の使用は不所望なワークピースに対するフィラメント材料のスパッタを導く。同様に熱イオンフィラメントの使用はワークピース上への蒸発したフィラメント材料の不所望な付着を導く。蒸発材料を最小にするためにフィラメント温度は蒸発が最小になる点まで低下されるがプラズマを生成するための電子放射は依然最適に行われる。この温度はトリエーテッドタングステンで約 2000°C、タングステンで約 2300°C である。フィラメント材料のスパッタを最小にするために、フィラメントバイアス電圧は固定した圧力において低い値に保持され、イオンエネルギーを減少させ、或いは、圧力が固定されたバイアス電圧においてイオンスパッタリングエネルギーを減少させるように制御されることができ。前者の場合にはフィラメントバイアス電圧は 10 ミリトル以下の圧力で 40~60 V で所望の結果が得られる。後者の場合にはフィラメントバイアス電圧が 40~60 V で、50~100 ミリトル

の圧力で所望の結果が得られる。

プラズマ密度、その均一性、ワークピースバイアス電圧はワークピース表面の処理の均一性を制御するために調整される。ワークピースの温度は熱処理の付加的な制御を可能にするために独立に制御される。通常の熱処理技術ではこれらのパラメータを選択的に制御することはできない。対照的にグロー放電技術では、容器内の圧力は0.3~10トル以上の高い値であり、イオンの割合は典型的に0.001以下である。ワークピースの電子衝撃は存在しないから、イオン衝撃が唯一のワークピースの加熱手段である。ワークピースの温度と表面処理に使用されるイオン衝撃の量を独立に制御することはできない。さらに、グロー放電処理では表面処理の均一性を選択的に制御する能力はない。ワークピースはプラズマ中に均一に浸漬される。グロー放電技術ではワークピースは陰極電子放射であるから、バイアス電圧とプラズマ密度を独立に制御することはできない。

例えば、タービンホイールのような不均一な3次元の物体は半径方向内側の厚さが4インチで半径方向外側の厚さが1インチである。この不均一な断面のために、グロー放電処理による部品の均一なイオン衝撃は不均一な温度プロフィールを生じて、その結果不均一な熱処理が行われ、反応性ガスが使用されるときには不均一な表面処理が行われることになる。本発明の方法はこのような部品の均一な熱処理および表面処理を得ることが可能である。

別の例では自動車のピニオンギアのような小型の部品は直径約2インチ程度の寸法である。数百個のそのようなギアが1つの熱処理装置内で1つのグループで一時に炭化処理される場合に、グロー放電技術により生成された均一なプラズマはギアを均一に衝撃する。グループの内側に位置するギアは他のギアにより熱的に遮蔽されるため、内側に位置するギアは外側に位置するギアよりも高い温度に加熱され、その結果不均一な熱処理となる。本発明は小型のワークピースにそのような大きいグループの均一な同時の熱処理を可能にする。

強化されたグロー放電技術では、分離したフィラメント放射素子が陰極電子放射素子としてワークピースの使用時に付加的に設けられる。容器圧力は約15~350ミリトルであり、電荷交換はグロー放電処理のみの場合と比較して減少する結果が得られる。イオンの割合は0.01以下である。これにはプラズマ生成

を選択する能力はない。

プラズマソース窒化技術においては、離れた位置のプラズマソースの使用は陰極電子放射素子としてワークピースを使用する必要をなくし、電荷交換を減少または消去するための低圧力動作を可能にする。しかしながら、これにはワークピース温度、またはイオンエネルギー、または選択的なプラズマ生成を独立に制御する能力はない。

プラズマイオン加熱（PIH）と呼ばれる本発明の方法は、これらの従来の熱処理技術の限界を克服する。プラズマは容器内部または容器から離れた位置（ただし容器内とガスが連通している）のいずれにおいても独立に生成することができる。付加的な壁に設けたヒータまたは熱イオンフィラメントがバイアス電圧およびイオン衝撃とは関係なく選択的なワークピースの加熱を助けるために使用することができる。使用されたバイアス電圧およびガス圧力はワークピースのイオン衝撃の電荷交換量の制御とは独立して選択的に制御される。ガス圧力はまた陰極フィラメントのイオン衝撃の電荷交換を制御する。この圧力制御は独立して妥当であるイオンエネルギーおよびイオン密度（すなわちプラズマ密度）を可能にする。またその影響によりワークピース上に付着するスパッタされたフィラメント材料を減少させる。ワークピースを処理するために生成されたプラズマは所望の形式の熱処理に応じて均一または非均一に選択的に制御されることができる。

プラズマイオン加熱において、容器内の動作圧力は約0.01乃至100ミリの範囲にわたって制御される。圧力が約0.01ミリより低いとプラズマは熱処理および表面処理を行うのに十分な密度にならない。圧力が約100ミリより高いと、電荷交換が重要な影響を与え始め、約100ミリより上で過度に大きくなる。圧力はワークピースバイアス電圧およびフィラメントバイアス電圧と共同して選択される。

本発明はプラズマ処理技術において顕著な進歩を与えるものである。ワークピースは反応性雰囲気、または非反応性雰囲気で選択的に熱処理され、高い効率および均一な処理が可能である。

本発明のその他の特徴および利点は、添付図面を参照にした本発明の原理を説明する単なる例示である好ましい実施形態の詳細な説明によりさらに明瞭になる

であろう。

[図面の簡単な説明]

図 1 は、プラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 2 は、本発明の方法を実施するフロー図である。

図 3 は、不規則な形状のワークピースの周囲に配置されたフィラメントおよびヒータを備えたプラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 4 は、成形されたフィラメントを備えたプラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 5 は、多数のフィラメントを備えたプラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 6 は、多数のワークピースを有するプラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 7 は、遠隔プラズマソースを備えたプラズマイオン加熱装置の概略図である。

図 8 は、無線周波数エネルギーによって励起されたフィラメントを備えたプラズマイオン加熱装置の概略図である。

[発明の詳細な説明]

図 1 は本発明を実施する装置 20 の概要を示している。装置 20 は真空密の容器壁 24 と、1 以上の放射壁ヒータ 25 とを有する容器 22 を備えている。容器 22 はワークピース 26 を収容することができるような十分の大きさである必要がある。ワークピース 26 は容器壁 24 から電氣的に絶縁された支持体 28 上に支持されることが好ましい（後述するように所望に応じて与えられるワークピースバイアスの印加を除いて）。

容器 22 内の雰囲気は排気および再充填の組合わせにより制御される。真空ポンプ 30 は制御可能なゲートバルブ 32 を通って容器 22 の内部と連通している。真空ポンプ 30 は所望ならば容器 22 内に 10^{-6} トル程度の合理的な高真空が得られるように十分な大きさの拡散ポンプおよび機械ポンプを備えていることが望ましい。しかしながら、真空レベルはゲートバルブ 32 の動作によって制御されることができ、特に所望ならばもっと低い真空度に調整されることもできる。

容器22はガス源34からガスを充填されてもよい。ガス源34は、充填用バルブ38を通して容器22の内部と連通しているガス供給装置36を備えている。ワークピースの表面の化学的処理なしに装置20が熱処理だけに使用される場合、ガス源34は

全く使用されなくてもよく、また容器にアルゴンのような不活性ガスを供給するために使用されてもよい。装置20が加熱中ワークピースの反応性表面処理のために使用される場合、ガス源34はガス供給装置36から窒素、炭素、または硼素のような反応性ガスを供給源36から供給する。

容器22内の全体のガス圧力は約0.01乃至約100ミリトルになるように制御され、それによってイオンの比率が約0.01乃至約0.001の範囲になるように制御される。ガス圧力を正確に調整する便利な方法はゲートバルブ32を開いて真空ポンプ30が容器22を排気して所望よりも幾分高い真空度にする方法である。充填バルブ38は必要な時に一時的に開かれ、ガス供給装置36からガスを容器22内に流入させて所望の圧力にさせる。したがって容器22内の真空は連続的にポンプで排気される動的真空であり、それは定常状態的に所望の雰囲気を維持しワークピース26或いは容器壁24から生じた不純物を除去するのに有効である。その代りに、しかしこれもまた本発明の技術的範囲内のものであるが、容器はまず真空ポンプ30により容器を排気し、次にゲートバルブ32を閉じることによって静的に排気されてもよい。バルブ38によるガスの充填は所望の圧力に達するまで続けられ、その後バルブ38は閉じられる。容器はさらにプラズマを限定するために容器外部に配置された永久磁石または電磁石を備えることもできる。

プラズマは容器22内のプラズマソース40を動作させることにより容器22内で生成される。プラズマソース40は、好ましくは容器22内に配置された1以上のフィラメント42の形態の電子放射装置を備えている。フィラメントはタングステンまたはトリエーテッドタングステンから作られ、また、フィラメントはホロー陰極で置換されてもよい。フィラメントの形状および寸法はプラズマ密度を調整するためにワークピース表面の輪郭、形状にしたがって調整され、それによってワークピース表面の熱処理分布を調整することができる。容器内のワークピースを十分に、均一に、或いは不十分に、不均一に包囲する結果的なプラズマの形状およ

び密度を調整するために形状の変化する 1 以上のフィラメントが容器 22 内の種々の位置に配置されることができる。

放射装置電流源 44 はフィラメント 42 に電流を供給する。フィラメント 42 を流れる電流はフィラメント 42 を加熱してフィラメント 42 から容器 22 の内部に電子を放

射する。典型的に約 50 ～ 100 ボルトのフィラメントバイアス電圧 46, V_{EMIT} がフィラメント 42 と容器壁 24 との間に与えられ、それによりプラズマ 48 が容器 22 の内部に形成される。容器壁が陽極として作用してプラズマの電位を容器壁の電位またはその付近の電位にすることを確実にすることが重要である。

プラズマ 48 からの電子およびイオンがワークピース 26 に射突してそれを加熱させる。フィラメント温度、バイアス電圧、および圧力はいずれも所望のイオン割合を生じるように選択される。ワークピース 26 は浮遊電位で電氣的に隔離され、プラズマ中で加熱される。この方法はワークピースがセラミックのような非導電性材料で構成されている場合に使用されることが好ましい。

任意選択的に約 2000 ボルトまでのワークピースバイアス電圧 50, V_{BIAS} がワークピース 26 (またはワークピース 26 と電氣的に接続されている支持体 28 の部分) と容器壁 24 との間に供給される。ワークピース 26 はバイアス電圧 50 により容器壁 24 に関して負すなわち陰極とされる。ワークピース 26 の陰極電位はプラズマ中の正イオンがワークピース 26 に向かって加速されるように作用する。この方法はワークピースが金属のような導電性材料、或いは熱処理のために導電性にされることができる材料で構成されている場合に使用されることが好ましい。バイアス電圧 50 の大きさに応じて、電子はイオンと同時にワークピースに衝突する。これはワークピース表面の加熱の柔軟性を増加させることを可能にする。

図 2 に示された動作において、ここで説明した任意の形態のプラズマ処理装置 20 は符号 60 で示されている。符号 62 で示すようにワークピース 26 は容器 22 中に配置され、容器は密閉される。複数のワークピースを負荷することもできる。容器中に配置されたワークピースは導電性でも非導電性でもよく、また複雑な形状でも簡単な形状でもよい。プラズマ処理環境に耐えなければならないことを除けば、ワークピースの形式に対する制限は知られていない。本発明で重要な比較的大

きいワークピースは自動車のパネルを形成するために使用される金型（ダイ）である。このような大きいワークピースは一時に 1 個ずつそれ自身により熱処理されることが好ましい。本発明で重要な比較的小さいワークピースは自動車の鋼鉄製のピニオンギアであり、その表面が本発明の方法により硬化される。このような小さいワークピースは数百個までのワークピースの大きいグループが一時に熱処

理されることが好ましい。真空容器壁のヒーター25はワークピースを選択された温度に加熱するように調整される。さらに、フィラメント42からの放射パワーならびにバイアス電圧によるプラズマからの電子およびイオン衝撃が容器壁のヒーターと共に、或いはヒーターに代って使用されてワークピースの温度を調整することができる。

符号64のステップで示されているように約0.01乃至100ミリトルのガス圧力が容器内に生成される。もしも工程が熱処理だけのために使用されるのであれば、ガス圧力は真空ポンプを制御するだけで得られ、或いは真空ポンプの制御と所望の圧力に到達するように不活性ガスの充填との組合わせによって得られる。もしも工程が反応性表面処理のために使用されるのであれば、所望のガス圧力は真空ポンプの制御とガス源34からの反応性ガスの充填との組合わせによって得られる。本発明の技術的範囲を制限するものではないが、実施例により説明すると、表面の窒化処理は窒素ガスを充填することにより達成され、また、表面の炭化処理はメタン、ブタン、トルエンその他の炭素含有ガスを充填し、分解させてワークピース表面に炭素を付着させることにより行われる。ガス圧力は電荷の交換量を制御し、したがって表面処理量を制御するために熱処理期間中活性的に制御される。この制御は固定されたバイアス電圧で行われ、または代りにガス圧力が一定にされ、バイアス電圧が変化されてもよい。

上述のように、処理は浮遊電位にあるワークピースにより行われ、または符号66で示される工程のようにバイアスされたワークピースにより行われる。したがって、工程66は任意選択的なものである。

プラズマソース40は容器22内に調整されたプラズマ48を生成するように動作さ

れる。エネルギーはプラズマからワークピースに転送され、ワークピースを加熱する。バイアスする工程66が存在するとき、それは工程68のプラズマソースの動作と同時にされる。バイアスは所望に応じてパルス的に印加されても、連続的に印加されてもよい。バイアスは反応性処理中にワークピースの表面に加速される正イオンのエネルギーを増加させる。またワークピースの加熱を助けるワークピースに衝突する電子衝撃の量にも影響を与える。プラズマソースは所望の熱処理を行うために必要な期間動作される。

部品は最初に10～50ボルトの低い電圧にバイアスされ、部品表面のゆっくりした衝撃処理を行う。イオン源はアルゴンのような不活性ガスであってもよく、実際の熱処理に先立つて部品の表面を再処理スパッタリングで清浄にする。それからガスは熱処理を行うために所望の元素の活性源に切替えられる。その代りに同じガスがスパッタリングと熱処理の両者のために使用されることもできる。

図3乃至8は上述の装置および方法と同様の本発明の実施形態を示している。図3では単一のワークピース26は不規則な形状である。単一のフィラメント42および複数の成形された放射ヒーター25がワークピースの最も重い部分をもつばら加熱するように最も重い部分に近接して配置されている。その結果均一または不均一な熱処理が制御可能になる。すなわち、ある場合には不規則な形状のワークピースの全領域を均一に熱処理（および所望により表面処理）を行うことが好ましい。別の場合には、ワークピースの選択的な領域の熱処理（および所望により表面処理）を行うことが好ましい。フィラメントおよびヒータの適切な位置、および処理パラメータによってそのような処理の選択が可能になる。

図4では、単一のフィラメントは所望の結果が得られるような形状にされている。この場合には、フィラメント42はワークピースの表面に一致した形状である。第1のフィラメント42aは第2のセグメント42bよりも多くの放射が得られるように巻かれている。

図5では、多数のフィラメント42c, 42d, 42eが使用されていることを除けば同様の方法が採用されている。フィラメントはワークピースの領域におけるワークピースの表面の所望の加熱とプラズマ密度を得るように配置されている。多数の

フィラメントの使用はフィラメントが他のフィラメントと独立して制御できるために有効である。

図 6 では、多数のワークピースが容器 22 中に配置されている。放射壁ヒータ 25 はフィラメント 42 により生成された熱と組合わせて各ワークピース 26 が他のワークピースに関してその位置に関係なく均一に加熱されるように選択され電力を供給される。もしも、不均一な熱処理が所望されるならば、各ワークピースは個別にバイアスされることができ、或いはフィラメントの形状を変化させることができる。

図 7 では、プラズマソース 40 は容器 22 から離れて配置されているが、プラズマソース 40 と容器 22 の内部とはガスが連通している。プラズマは離れたプラズマソース 40 で発生され、容器 22 に拡散する。プラズマは均一ではなく、プラズマは容器壁の電位に近い電位を有することが重要である。

図 8 では、フィラメント 42 は RF 発生器 72 により駆動される無線周波数送信機 70 により励起される。すなわち、熱イオンパワー源は RF 電源により置換されている。フィラメント 42 はアンテナとして作用する。

図 1 および図 3 乃至 8 は多数の特徴を示し、それによって選択的に均一或いは非均一な熱処理および表面処理が行われる。種々の特徴は示され以外の組合わせて使用されることができ、図示されたものに限定されることを意図するものではない。例えば多数のフィラメントは多数のワークピースに対して使用することができる。

図 1 および 2 の概略図と一致した、および従来の技術で説明した 2 つの形式の装置 20 が構成され、動作された。第 1 の容器は直径約 2 フィート、長さ約 3 フィートの円筒であった。第 2 の容器は直径約 4 フィート、長さ約 8 フィートの円筒であった。研究は本発明の方法が動作可能であることを確立するために行われた。以下の実施例は本発明の使用を示すためのものであるが、いかなる観点においても本発明の技術的範囲を制限するものではない。

例 1…鋼鉄の窒化処理

それぞれ直径約 2 インチ、厚さ約 1/8 インチの複数の 304 ステンレス鋼板

のワークピースが第 1 の装置の容器中の支持テーブル上に載置された。容器は排気されて約 $1 \sim 3 \times 10^{-6}$ トルの圧力にされ、その後、窒素ガスを充填されて約 5×10^{-4} トルの圧力にされた。

単一の放射フィラメントが AC 放射電流源を使用して加熱され、20 A（アンペア）のフィラメント電流と、40 V（ボルト）のフィラメント電圧が供給された。非均一なプラズマ放電が単一のフィラメントを使用して生成され、それは容器を非均一に満たす局所化されたプラズマを生成するように充分小さいものであった。DC フィラメントバイアス電圧は 150 V、電流は 4 A であった。DC ワークピースバイアス電圧は約 150 V、100 mA の電流が 30 分間供給された。

この期間中部品の温度は約 400°C に維持された。容器壁を形成する外部加熱は使用されなかった。

ステンレス鋼板は窒化処理の完了後、顕微鏡で検査された。固溶体中の窒素は板の表面に侵入していることが認められた。処理された板と、処理されない板との磨耗試験がディスク上のピンによる磨耗試験を使用して行われた。この磨耗試験は、処理されない板に比較して処理された板の負荷支持能力は約 1000 倍であることが確認された。

例 2…鋼鉄の炭化処理

直径約 1 / 12 インチで高さ 0.7 インチの 4118 H ピニオン鋼で作られたギアブランクが第 1 の容器内で処理された。容器は約 $1 \sim 3 \times 10^{-6}$ トルの圧力まで排気され、5 ~ 10 ミリトルの圧力にトルエン (C_7H_8) ガスを充填された。

放電電圧は約 150 V で電流は 10 A であった。約 700 ~ 1000 V のワークピースバイアス電圧がワークピースに供給されてギアブランクが約 900°C に加熱され、容器外部のヒータの使用は行われなかった。400 ~ 550 mA のバイアス電流が観察された。このバイアス電圧が印加された後約 5 分でギアブランクはその温度に到達した。その後バイアス電圧は約 400 V に減少され、 900°C の温度に維持された。30 分後に処理は遮断された。ギアブランクは周囲

温度まで冷却され、容器から取出された。

ギアブランクの微細（マイクロ）構造が検査された。ギアブランクは約0.3～0.4mmの深さまで0.8～0.9%の炭素濃度で均一に炭化されていた。これは所望された炭素濃度であり、市販製品としても望ましい深さである。

例3…ワークピースバイアス電圧なしの加熱

例2で使用された形式のギアブランクが第1の容器内の絶縁支持体中に配置され、バイアス電圧は供給されず電氣的に浮遊状態にされた。この方法は、約10ミリトルの圧力で容器中に1-ブタンガス（ C_4H_{10} ）が充填されていることを除いてはその他の点では例2と類似していた。

フィラメントは60AのAC電流および160Vの電圧を使用して加熱された。放電電圧は150Vであり、40Aの電流が得られた。処理の5分後にギアブランク

は約730°Cの平行温度に達した。ギアブランクの浮遊点の電位は30～40Vであった。この結果、ギアブランクの表面に炭素層の付着が生じ、それは後にギアの炭化に使用された。

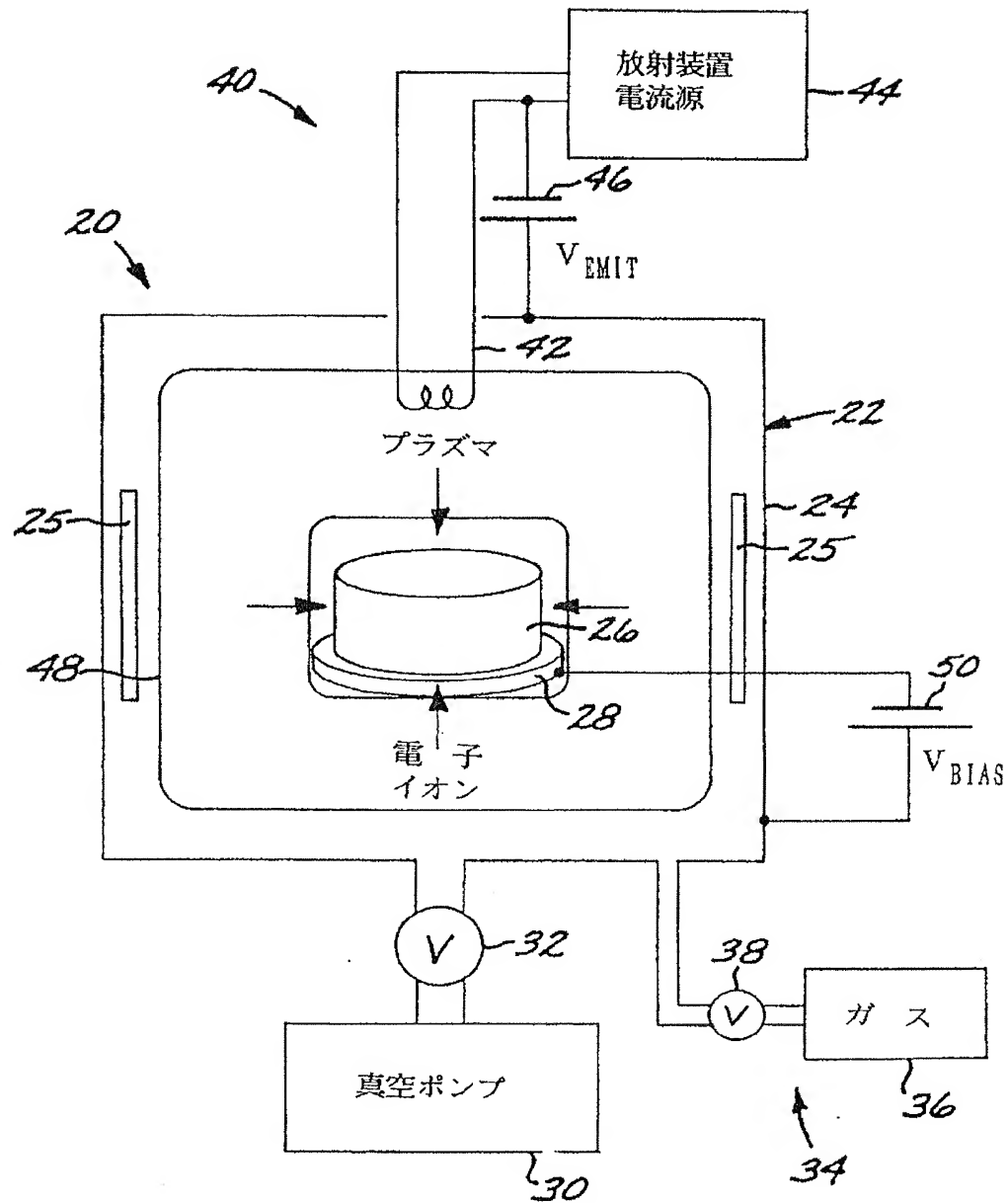
例4…選択的プラズマ生成

4個のフィラメントが第2の容器内に配置された。フィラメントは長さ4フィートで容器の長さ方向を横切って等間隔で懸垂された。幅2フィート、長さ4フィートの2個のワークピース支持テーブルが使用された。例1と同様の複数の304ステンレス鋼板がこの支持テーブル上に配置された。均一なプラズマが全部で4個のフィラメントを等しく付勢することによって生成され、均一な窒化が得られた。不均一なプラズマはただ1個のフィラメントだけを付勢することによって生成され、不均一な窒化を生じた。

例示のために本発明の特定の実施形態について説明されたが、種々の変形および改善が本発明の技術的範囲を逸脱することなく行われるであろう。したがって本発明は添付の請求の範囲によってのみ限定される。

【図1】

FIG. 1



【図2】

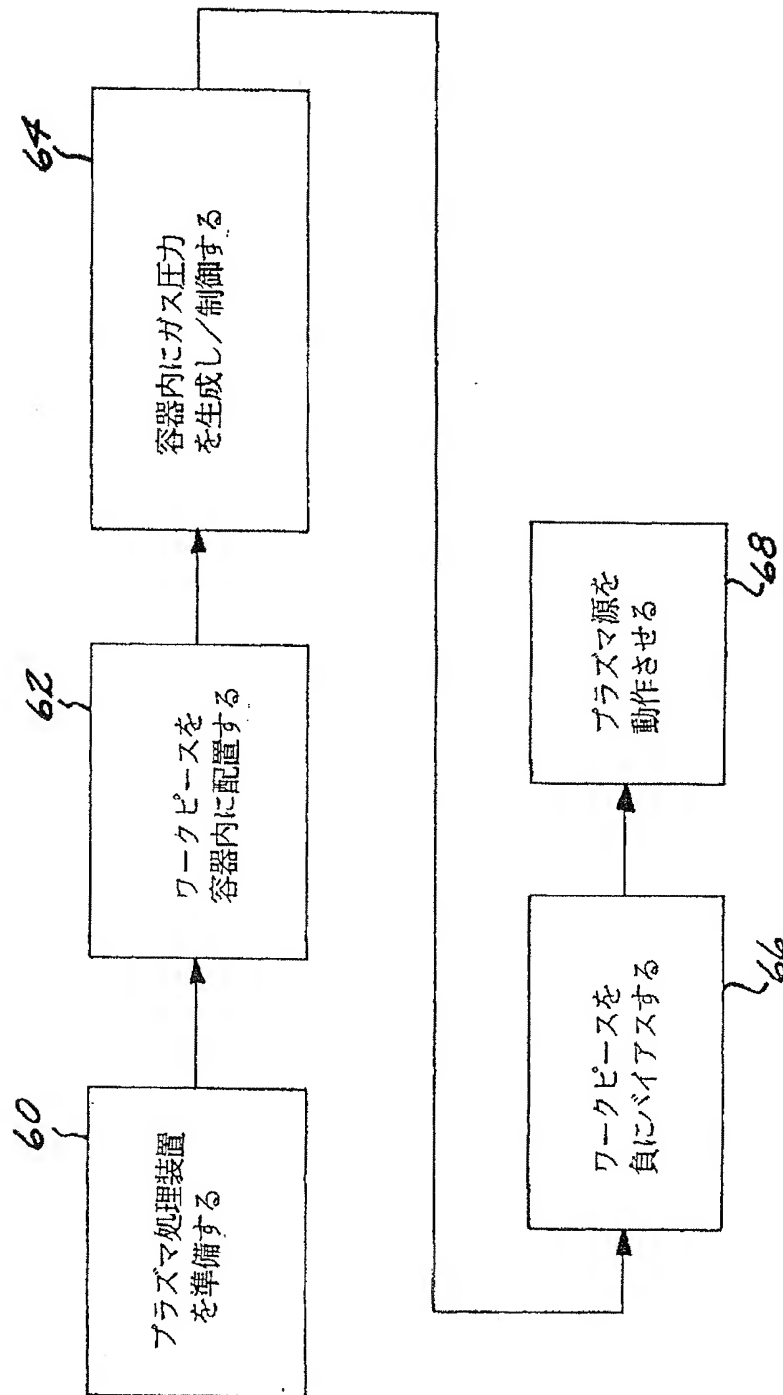
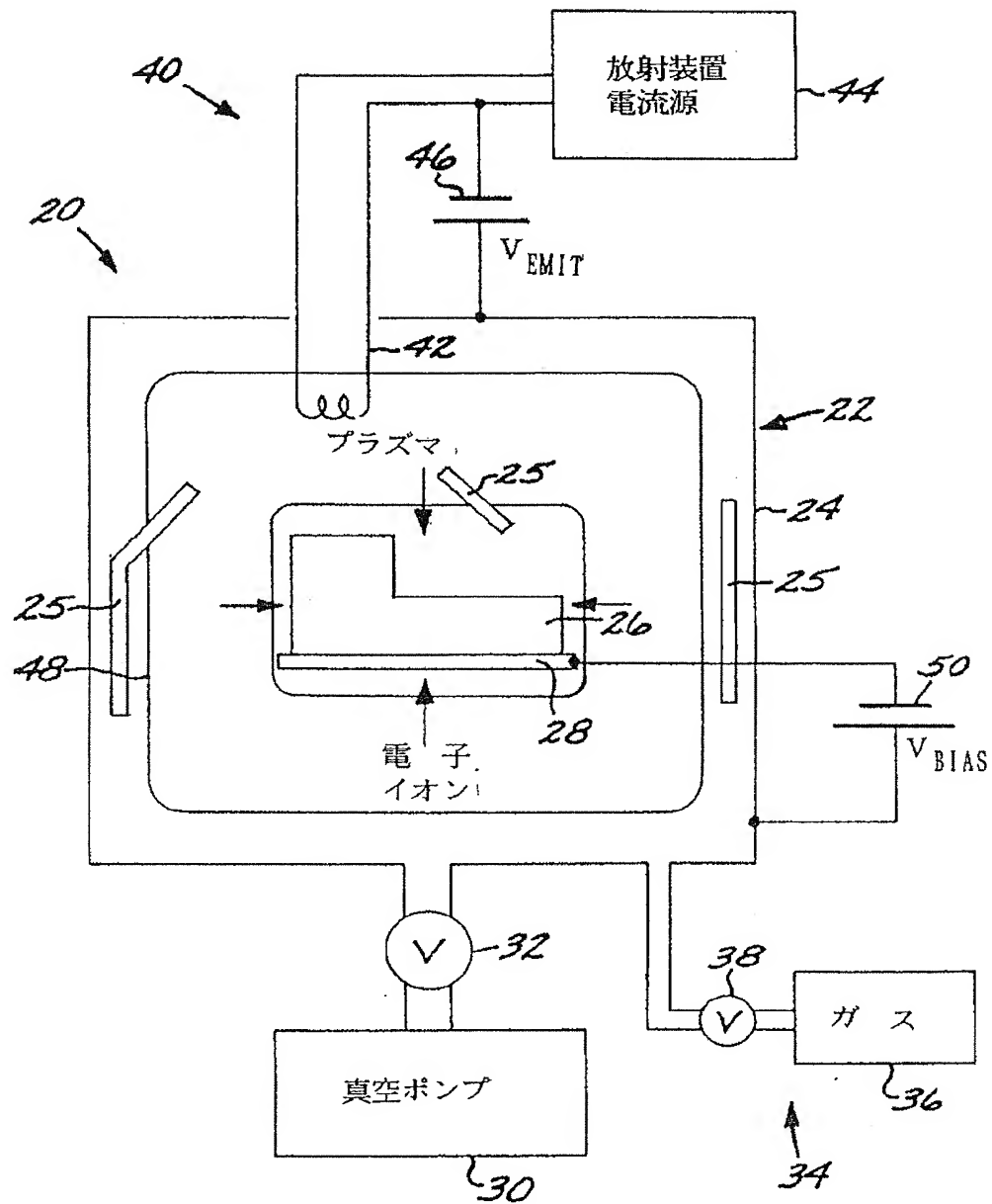


FIG. 2

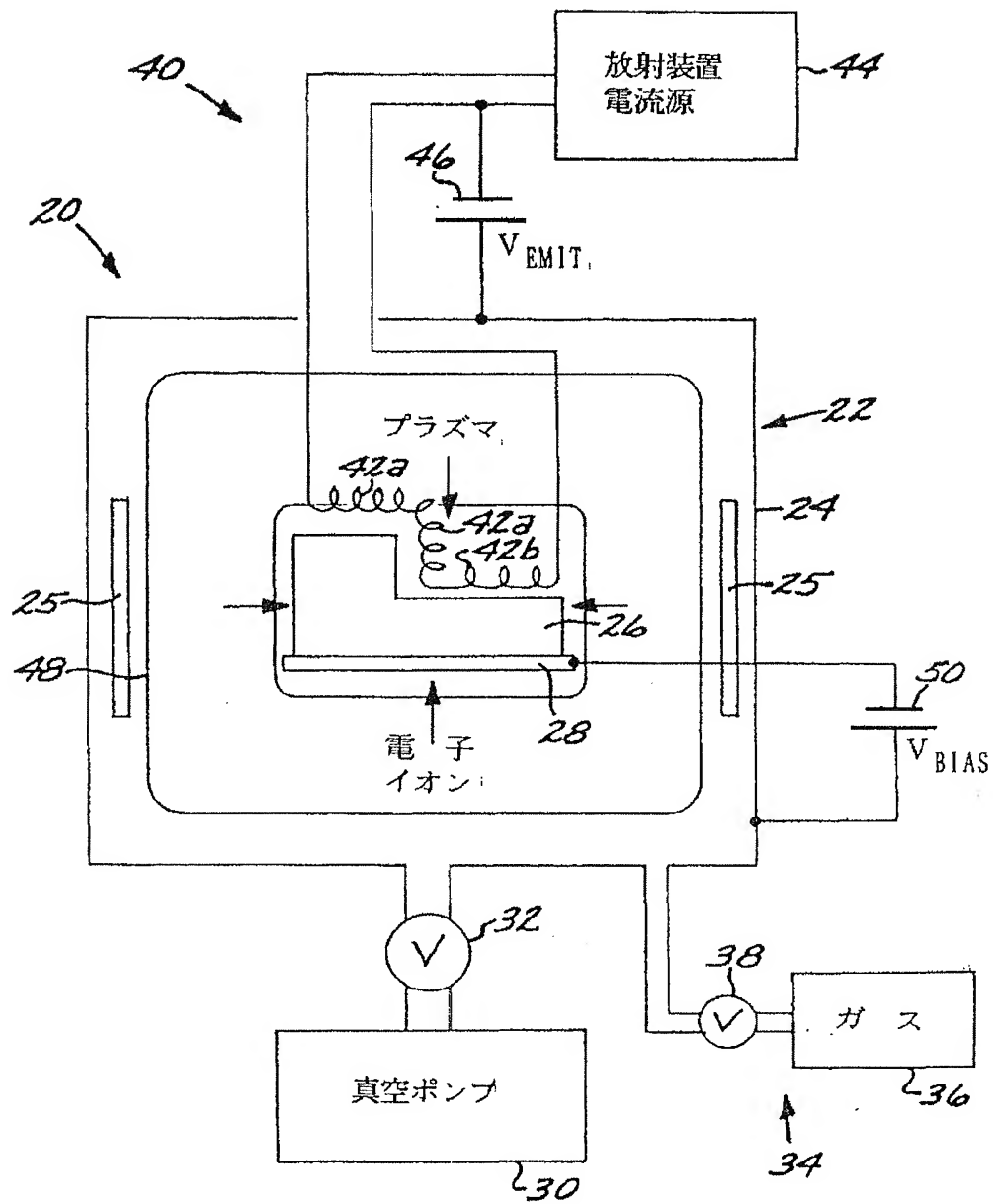
【図3】

FIG. 3



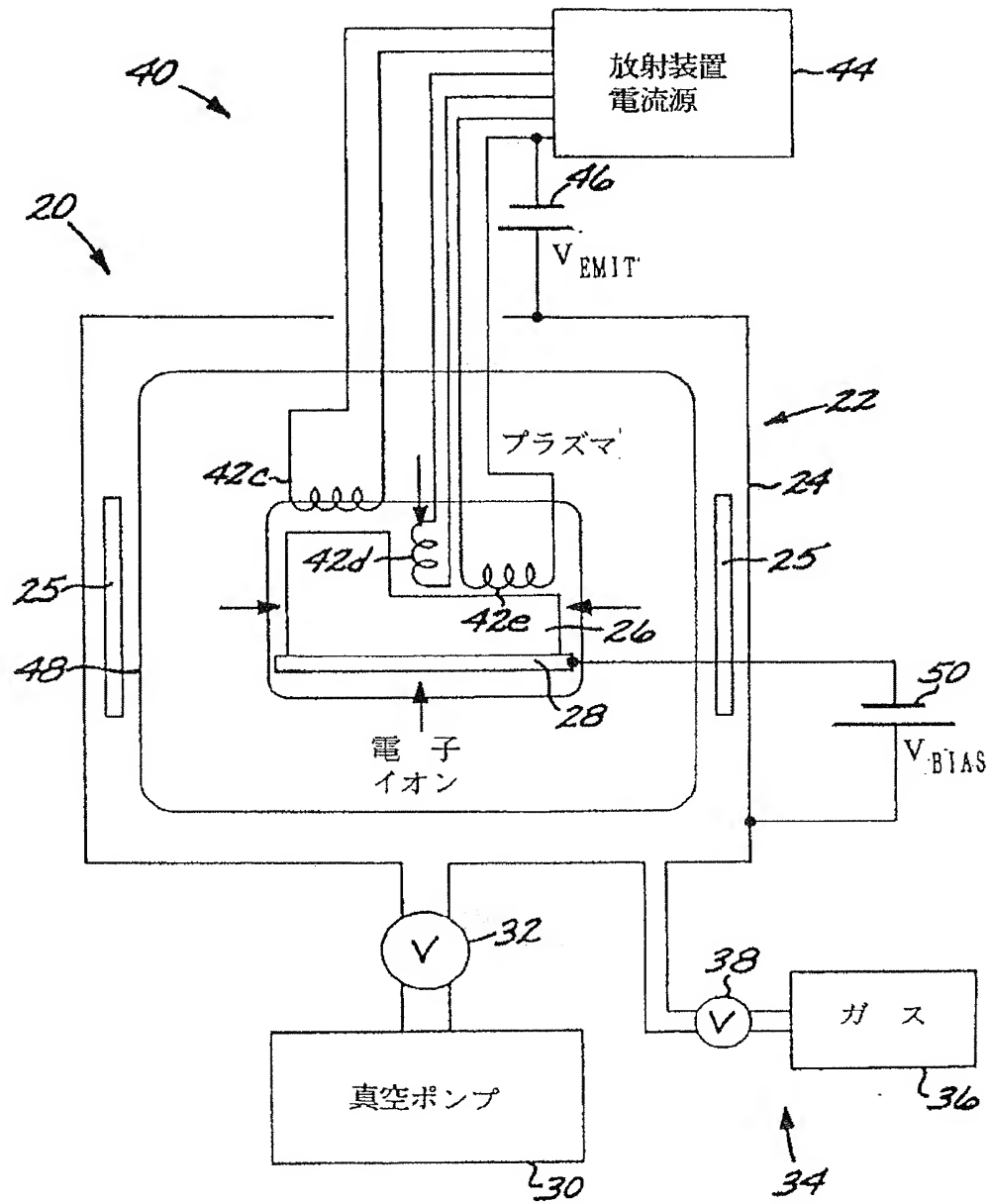
【図4】

FIG. 4



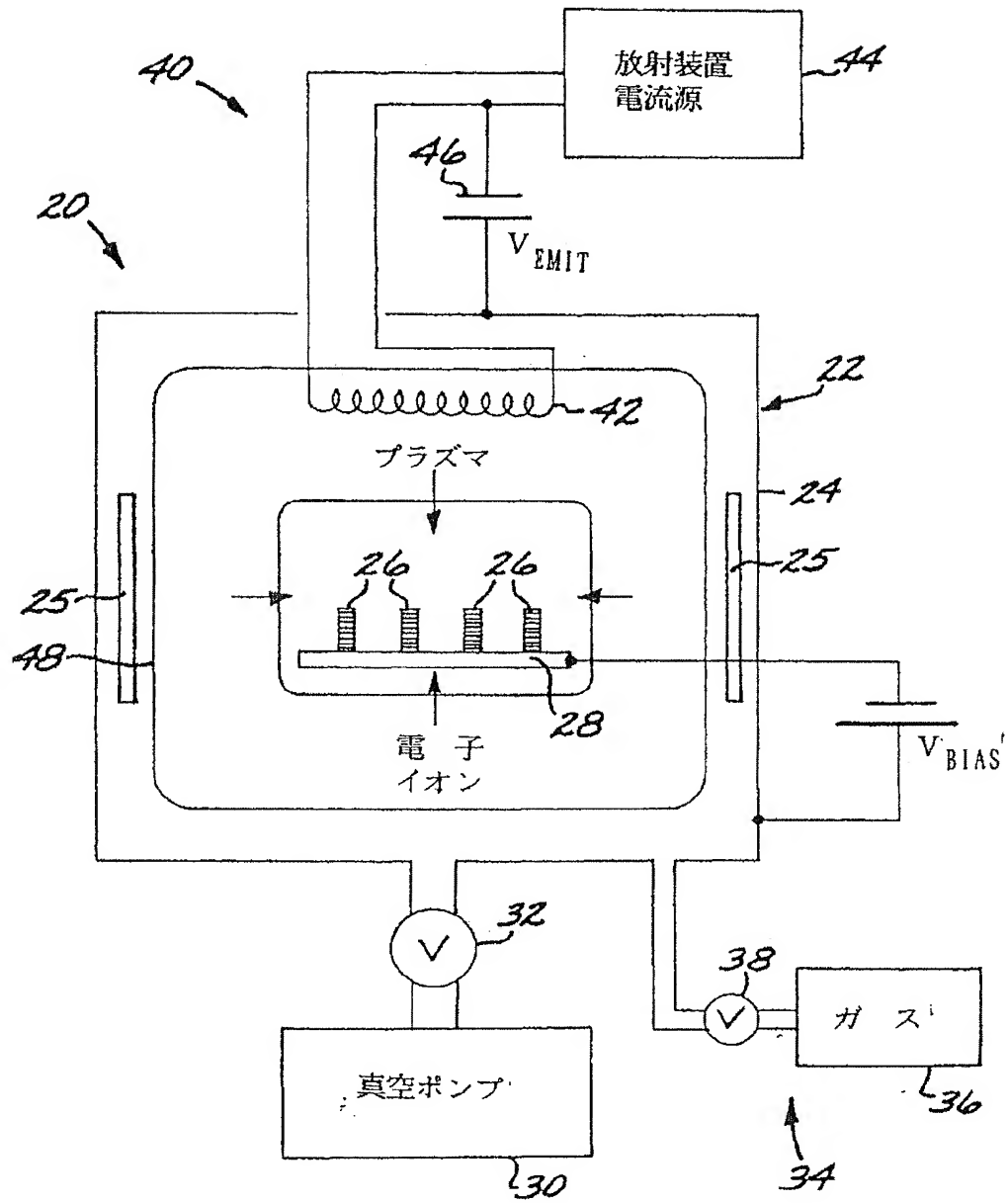
【図5】

FIG.5

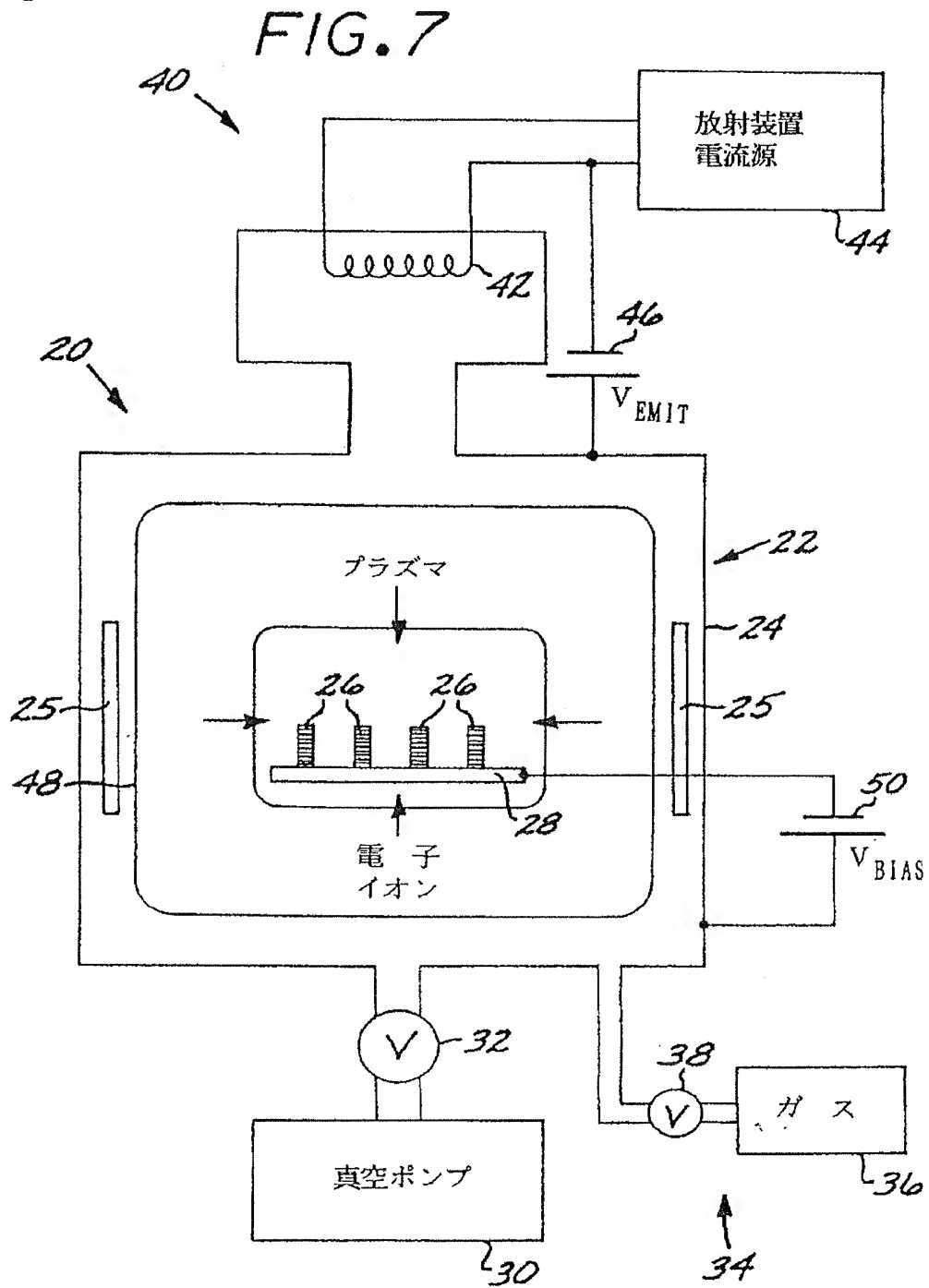


【図6】

FIG. 6

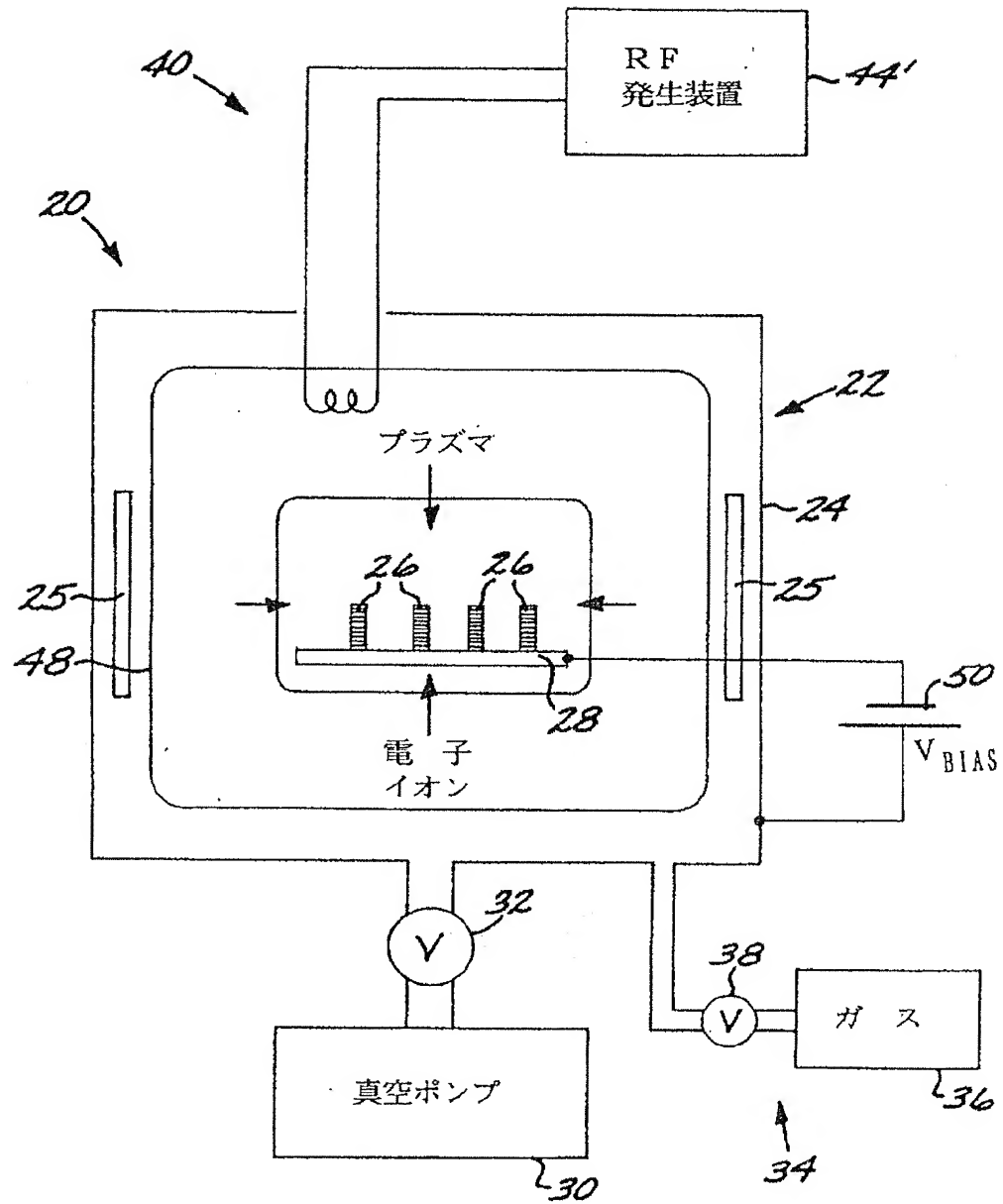


【図7】



【図8】

FIG. 8



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/US 96/16210

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 H01J37/32 C23C8/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 H01J C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US,A,4 394 234 (ASAHI NAOTATSU ET AL) 19 July 1983 see column 1, line 28 - line 33 see column 5, line 35 - column 6, line 46; figure 1 ---	1,2,4-8, 11,12
X	US,A,4 764 394 (CONRAD JOHN R) 16 August 1988 see column 3, line 30 - column 5, line 12; figure 1 ---	1,2,4,5, 7-11
X	GB,A,2 261 227 (UNIV HULL) 12 May 1993 see page 6, last paragraph - page 7, line 1; figures --- -/-	1,2,4,5, 7,9,11

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 January 1997

Date of mailing of the international search report

22.01.97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2210 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schaub, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.
PCT/US 96/16210

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP,A,0 603 864 (HUGHES AIRCRAFT CO) 29 June 1994 see abstract; figures ---	1,6,11
A	EP,A,0 648 857 (HUGHES AIRCRAFT CO) 19 April 1995 see abstract; figures -----	1,11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inv. International Application No

PCT/US 96/16210

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4394234	19-07-83	JP-C- 1373291	07-04-87
		JP-A- 56105473	21-08-81
		JP-B- 61040751	10-09-86
		JP-C- 1254821	12-03-85
		JP-A- 55104474	09-08-80
		JP-B- 59031586	02-08-84
		JP-C- 1373813	07-04-87
		JP-A- 56041371	18-04-81
		JP-B- 61037352	23-08-86
		DE-A- 3029339	26-03-81
US-A-4764394	16-08-88	CA-A- 1290080	01-10-91
GB-A-2261227	12-05-93	NONE	
EP-A-0603864	29-06-94	US-A- 5374456	20-12-94
		CA-A- 2112178	24-06-94
		IL-A- 108150	04-08-96
		JP-B- 2501770	29-05-96
		JP-A- 7003453	06-01-95
EP-A-0548857	19-04-95	US-A- 5498290	12-03-96
		CA-A- 2130309	28-02-95
		IL-A- 110761	04-08-96
		JP-A- 7169437	04-07-95

フロントページの続き

- (72) 発明者 ウエイ、 ロングアー・アール
アメリカ合衆国、カリフォルニア州
91302、カラバサス、ノース・ウィロー・
グレン・ストリート 4367
- (72) 発明者 マトツシャン、 ジェス・エヌ
アメリカ合衆国、カリフォルニア州
91306、カノガ・パーク、チェイス・スト
リート 20439
- (72) 発明者 ミクラ、 ピーター
アメリカ合衆国、ミシガン州 48314、ス
ターリング・ハイツ、ハーベイ・コート
11317
- (72) 発明者 クラーク、 デボラー
アメリカ合衆国、ミシガン州 48176、セ
ーライン、ブライリー 5645